

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **05311446 A**

(43) Date of publication of application: **22.11.93**

(51) Int. Cl.
C23C 16/44
B65D 88/66
C23C 16/18
C23C 16/52

(21) Application number: **04113444**

(22) Date of filing: **06.05.92**

(71) Applicant: **MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD**

(72) Inventor:
TOMOSAWA ATSUSHI
HATTORI MASUZO
TORII HIDEO
FUJII AKIYUKI

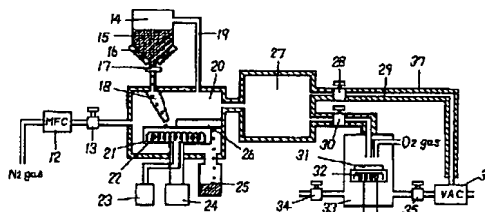
(54) **DEVICE FOR SUPPLYING ORGANOMETALLIC COMPOUND POWDER AND DEVICE FOR VAPORIZING AND SUPPLYING THE SAME**

(57) Abstract:

PURPOSE: To provide a device for supplying organometallic compound powder capable of forming a thin film having constant characteristic under a constant condition and stably supplying the organometallic compound powder of a solid raw material and a device for vaporizing supplying using the same.

CONSTITUTION: The organometallic compound powder 15 is supplied in a fixed supply quantity on a heated rotary plate 21 by the vibration of a vibrator 1 and vaporized. The residual powder is removed from the plate 21 by a scraping rod 26 and the plate 21 is kept clean. As the vaporized raw material is carried by a carrier gas to a reacting device 33 through a gas accumulating chamber 27, the pulsating of conc. of the raw gas is suppressed and the raw material of constant quantity is supplied to the reactor.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-311446

(43)公開日 平成 5 年(1993)11月22日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 16/44	C	7325-4K		
B 6 5 D 88/66	D	6916-3E		
C 2 3 C 16/18		7325-4K		
16/52		7325-4K		

審査請求 未請求 請求項の数 7 (全 5 頁)

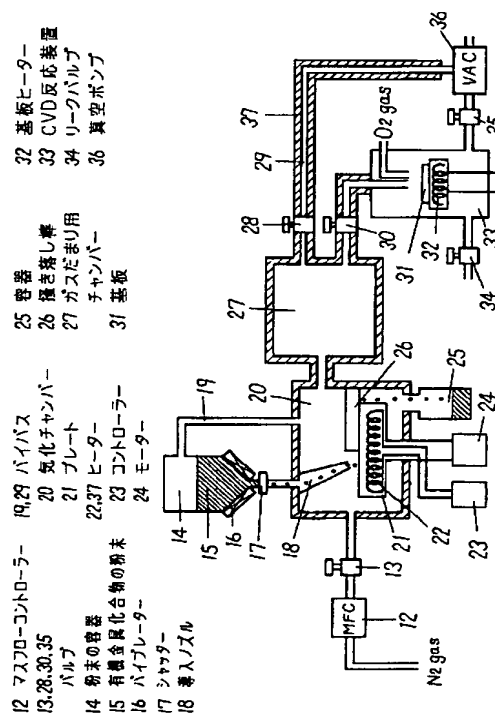
(21)出願番号	特願平4-113444	(71)出願人	000005821 松下電器産業株式会社 大阪府門真市大字門真1006番地
(22)出願日	平成 4 年(1992) 5 月 6 日	(72)発明者	友澤 淳 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
		(72)発明者	服部 益三 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
		(72)発明者	鳥井 秀雄 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
		(74)代理人	弁理士 小鍛冶 明 (外 2 名) 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 有機金属化合物の粉末供給装置および気化供給装置

(57)【要約】

【目的】 常に同じ条件で同じ特性値を持った薄膜を得ることが出来る、固体原料の有機金属化合物の粉末を安定して供給する粉末供給装置と、それを用いた気化供給装置を提供するものである。

【構成】 有機金属化合物の粉末 15 が、パイプレーター 16 の振動によって加熱した回転するプレート 21 上に、一定の供給量で供給され、気化する。残った粉末は、掻き落とし棒 26 によりプレート 21 上から取り除かれ、プレート 21 上は清浄に保たれる。気化した原料は、キャリアガスによりガスだまり用チャンバー 27 を経て反応装置 33 に運ばれるため、原料ガス濃度の脈動が抑えられ、安定した量の原料が反応装置に供給される。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 有機金属化合物の粉末を充填した容器を振動させることにより粉末を定量供給することと特徴とする有機金属化合物の粉末供給装置。

【請求項2】 有機金属化合物の粉末を充填した容器内が、その下方に行くに従って狭まる漏斗状に形成され、その先に粉末の導入を制御するシャッターを持つことを特徴とする請求項1記載の有機金属化合物の粉末供給装置。

【請求項3】 有機金属化合物の粉末が二種類以上の場合、これらを目的の混合比で混合して容器内に充填することにより、常に一定の混合比で粉末を定量供給することと特徴とする請求項1記載の有機金属化合物の粉末供給装置。

【請求項4】 有機金属化合物の粉末を、気化チャンバー内の高温に加熱したプレート上に供給して気化させ、同じく気化チャンバー内に導入したキャリアガスとともに、薄膜を形成する反応装置内に供給することと特徴とする有機金属化合物の気化供給装置。

【請求項5】 有機金属化合物の粉末の気化チャンバー内への供給に、請求項1記載の有機金属化合物の粉末供給装置を用い、全体を減圧下においたことを特徴とする請求項4記載の有機金属化合物の気化供給装置。

【請求項6】 高温に加熱したプレートが回転し、前記プレート上に設けられた掻き落とし棒により、プレート上に残った未昇華の粉末を取り除くことを特徴とする請求項4記載の有機金属化合物の気化供給装置。

【請求項7】 気化チャンバーと薄膜を形成する反応装置の間に、原料ガスの濃度の脈動を抑えるためのガスだまり用チャンバーを備え、そのガス経路全体が加熱されていることを特徴とする請求項4記載の有機金属化合物の気化供給装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、有機金属化合物を原料とする気相成長法(MO-CVD法)により、化合物半導体、誘電体、超伝導体、磁性体等の薄膜を製造する場合に、その原料として用いられる固体原料の有機金属化合物の粉末供給装置と、その粉末供給装置を用いた有機金属化合物の気化供給装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年の電子機器の小型化、軽量化、高性能化にともない、磁性材料や誘電体材料などを薄膜化する試みが数多くなされており、様々な薄膜デバイス化が研究されている。その一つである、原料に有機金属化合物を用いたMO-CVD法は、比較的低い真空度のもとで、大面積の薄膜を高速で得ることが出来るため、コスト面などからも量産性に優れている。

【0003】固体の有機金属化合物をCVD反応装置内に導入する方法としては、減圧下の密閉した容器内に原

料をいれ、この容器全体を加熱して固体原料の有機金属化合物を気化させ、流量を制御したキャリアガスにより導入する方法がある。

【0004】図2に、この方式による従来の気化供給装置の簡略図を示す。同図において、1はキャリアガスArの流量を制御するマスフローコントローラー、2は気化器、3は原料、4はガス集合器、5はバルブ、6は原料ガスとO₂ガスを混ぜるミキシングチャンバー、7は導入ノズル、8は基板、9は基板ヒーター、10は反応チャンバー、11は真空ポンプである。

【0005】この装置は以下の様使用される。まず数種類の原料3を、それぞれ所定の温度に加熱する。バルブ5を開き、マスフローコントローラー1によって流量を制御したキャリアガスArを気化器2に流し、O₂ガスとともにミキシングチャンバー6で混合する。これを、導入ノズル7を通して、真空ポンプ11によって減圧された反応チャンバー10の中に導入する。原料ガスとO₂ガスは、基板ヒーター9によって加熱された基板8の上で反応し、薄膜が形成される。この様な薄膜形成方の原料供給装置については、例えばアプライド・フィジックス・レター(1989年)第1581頁から第1582頁に発表されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかし、前記の気化供給装置を用いて成膜を行なった場合、同じ条件で原料を気化し成膜しても、膜厚や各種の物性値がばらつくという問題がある。この原因は、原料の有機金属化合物の熱履歴による変質や、気化器中の原料が徐々に減少していくために、気化条件が変わってしまうことによる。

【0007】また、二種類以上の有機金属化合物の原料を用いて成膜する場合、それぞれの気化条件が異なるため、それに対応した数の気化器が必要になる。そのため、装置が複雑となり、各原料の気化条件を一定に保つのがさらに困難になる。

【0008】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するため、本発明は、常に熱履歴の無い、一種類以上の新しい有機金属化合物の粉末を、同じ供給量、同じ混合比で供給することの出来る粉末供給装置と、その粉末供給装置によって供給された有機金属化合物の粉末を、常に同じ条件で気化し、反応装置まで運ぶことの出来る気化供給装置を提供するものである。

【0009】

【作用】したがって本発明によれば、原料の有機金属化合物の熱履歴による変質や、気化器中の原料の減少に伴う気化条件の変化、あるいは二種類以上の原料を使った場合の混合比の変化が無くなるため、常に同じ条件で同じ特性値を持った薄膜を得ることが出来る。

【0010】

【実施例】以下、本発明の一実施例の有機金属化合物の

粉末供給装置および気化供給装置について、図面を参照しながら説明する。

【0011】図1は、本発明の一実施例における有機金属化合物の粉末供給装置および気化供給装置の概略図を示すものである。

【0012】図1において、12はキャリアガス流量を制御するマスフローコントローラー、13は気化チャンバー20内へのキャリアガスの導入を制御するバルブ、14は有機金属化合物の粉末の容器、15は原料の有機金属化合物の粉末、16はバイブレーター、17は有機金属化合物の粉末15の気化チャンバー20内への導入を制御するシャッター、18は有機金属化合物の粉末15をプレート21上に導入するノズル、19は有機金属化合物の粉末の容器14内を気化チャンバー20内と同じ真空度に保つためのバイパス、20は気化チャンバー、21はプレート、22はプレート21を加熱するヒーター、23はプレート21の温度を制御するコントローラー、24はプレート21を回転させるモーター、25は掻き落とされた粉末をためる容器、26はプレート21上に残った粉末を掻き落とす掻き落とし棒、27はガスだまり用チャンバー、28はバイパス29の流れを制御するバルブ、29はガスだまり用チャンバー27と真空ポンプ35の間のバイパス、30はガスだまり用チャンバー27とCVD反応装置33の間のガスの流れを制御するバルブ、31は基板、32は基板ヒーター、33はCVD反応装置（例えば熱CVD反応装置）、34はCVD反応装置33の真空を破るリークバルブ、35はCVD反応装置33と真空ポンプ36の間のガスの流れを制御するバルブ、36は真空ポンプ、37は各チャンバーとその間のパイプを加熱するヒーターである。但し、有機金属化合物の粉末供給装置は加熱されない。

【0013】この装置は以下のように動作される。まず原料の有機金属化合物の粉末を（二種類以上の場合には所定の混合比によく混合して）、粉末容器14内に充填する。次に、プレート21を、温度制御コントローラー23によって制御されたヒーター22で、所定の温度（有機金属化合物の昇華温度よりかなり高く、短時間で昇華できる温度）に加熱するとともに、基板ヒーター32により、ヒーター上にセットされた基板31を所定の温度に加熱する。さらに、系内の内壁に、昇華した原料が再び凝固しないように、ヒーター37により各チャンバーとその間のパイプを所定の温度（有機金属化合物の昇華温度より少し高い温度）に加熱する。バルブ34を閉じ、バルブ13、28、30、35を開け、系内を減圧する。次に、バルブ30、35を閉じ、CVD反応装置33内を真空に保ち、ガスの流れから分離する。そして、モーター24によりプレート21を回転させ、シャッター17を開け、バイブレーター16によって有機金属化合物の粉末をノズル18を通してプレート21上に供給しながら、マスフローメーター12によって所定流

量のキャリアガスを流す。プレート21上に落ちた有機金属の粉末は、高温に加熱されたプレート21の上で気化し、キャリアガスによって、ガスだまり用チャンバー27からバイパス29を経て、真空ポンプ36にまで運ばれる。また、プレート21上に残った粉末は、掻き落とし棒26によりプレート21上から容器25の中に掻き落とされ、プレート21上は常に清浄に保たれる。しばらく放置した後、原料ガスの供給が安定し、ガスだまり用チャンバー27に十分に原料ガスがたまって、粉末の気化による原料ガスの濃度の脈動が抑えられるようになったところで、バルブ30、35を開け、バルブ28を閉じ、CVD反応装置33内に原料ガスと、反応ガス（例えばO₂）を導入し、基板31上に成膜を開始する。所定の時間が経過した後、バルブ30、35を閉じ、バルブ28を開けて、再び、CVD反応装置33内をガスの流れから分離する。後はリークバルブ34を開いてCVD反応装置33内の真空を破り、基板を交換すれば、続けて原料ガスの定量供給を保ったまま次の成膜が出来る。

【0014】なお、本実施例は、CVD反応装置として熱CVDを用いたが、他のCVD法、例えばプラズマCVD法や、光CVD法等においても同様の効果が得られるのは言うまでもない。

【0015】

【発明の効果】以上のように本発明は、有機金属化合物の粉末を充填した容器を振動させることにより、粉末の安定供給のできる有機金属化合物の粉末供給装置を用いて、気化チャンバー内の高温に加熱したプレート上に原料粉末を供給して気化させ、同じく気化チャンバー内に導入したキャリアガスとともに、薄膜を形成する反応装置内に供給する気化供給装置である。そのため、原料の有機金属化合物の熱履歴による変質や、気化器中の原料の減少に伴う気化条件の変化、あるいは二種類以上の原料を使った場合の混合比の変化が無くなるため、常に同じ条件で同じ特性値を持った薄膜を得ることが出来る、実用上極めて有利なものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例の有機金属化合物の粉末供給装置および気化供給装置の概略構成図

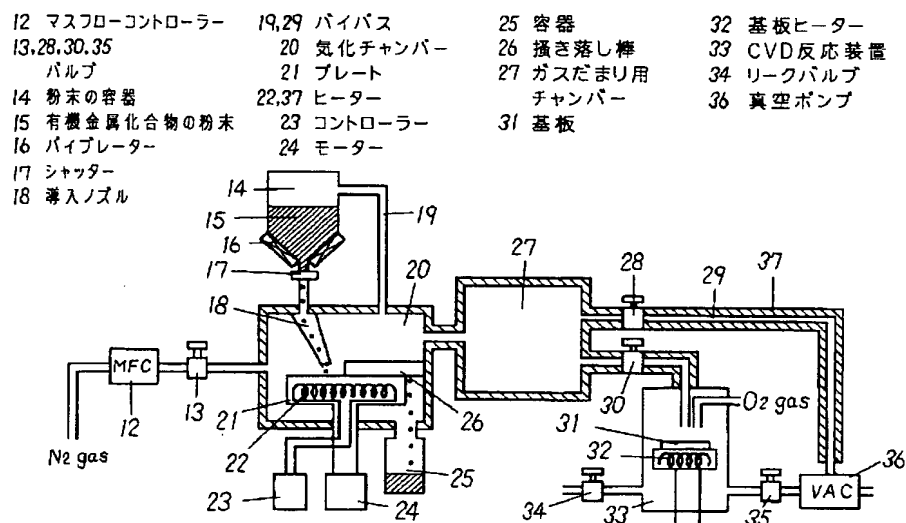
【図2】従来の有機金属化合物の気化供給装置の簡略構成図

【符号の説明】

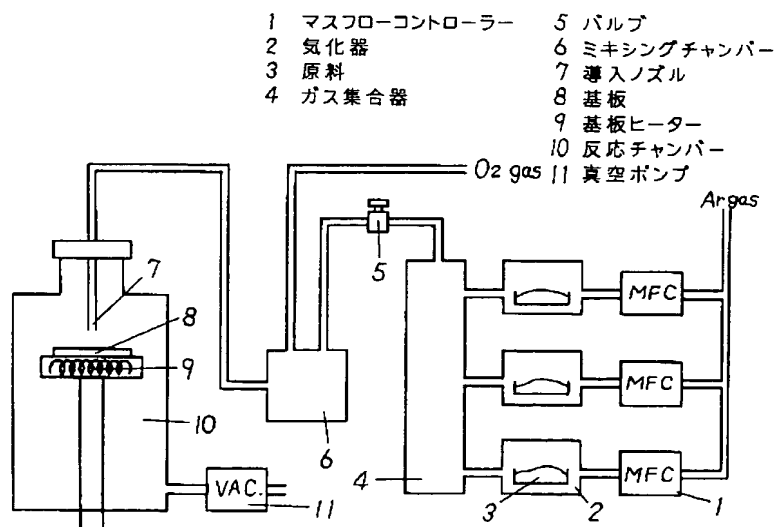
- 12 マスフローコントローラー
- 13 バルブ
- 14 粉末の容器
- 15 有機金属化合物の粉末
- 16 バイブレーター
- 17 シャッター
- 18 導入ノズル
- 19 バイパス

- | | |
|----------------|------------|
| 20 気化チャンバー | 29 バイパス |
| 21 プレート | 30 バルブ |
| 22 ヒーター | 31 基板 |
| 23 コントローラー | 32 基板ヒーター |
| 24 モーター | 33 CVD反応装置 |
| 25 容器 | 34 リークバルブ |
| 26 掻き落とし棒 | 35 バルブ |
| 27 ガスだまり用チャンバー | 36 真空ポンプ |
| 28 バルブ | 37 ヒーター |

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(72)発明者 藤井 映志
大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 4 区分

【発行日】平成 11 年（1999）12 月 21 日

【公開番号】特開平 5—311446

【公開日】平成 5 年（1993）11 月 22 日

【年通号数】公開特許公報 5—3115

【出願番号】特願平 4—113444

【国際特許分類第 6 版】

C23C 16/44

B65D 88/66

C23C 16/18

16/52

【F I】

C23C 16/44 C

B65D 88/66 D

C23C 16/18

16/52

【手続補正書】

【提出日】平成 11 年 4 月 27 日

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項 2

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項 2】 有機金属化合物の粉末を充填した容器内
が、その下方に行くに従って狭まる漏斗状に形成される
ことを特徴とする請求項 1 記載の有機金属化合物の粉末
供給装置。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項 6

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項 6】 高温に加熱したプレートが回転し、前記
プレート上に設けられた掻き落とし棒により、プレート上
に残った未気化の粉末を取り除くことを特徴とする請求
項 4 記載の有機金属化合物の気化供給装置。